

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. Mai 2002 (23.05.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/40434 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C07C 11/167,
7/04 // B01D 3/28

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): BASF AKTIENGESELLSCHAFT [DE/DE];
67056 Ludwigshafen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/13235

(22) Internationales Anmeldedatum:
15. November 2001 (15.11.2001)

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BOHNER, Gerd
[DE/DE]; Im Klipfel 18, 69254 Malsch (DE).
KINDLER, Klaus [DE/DE]; Richard-Wagner-Strasse
6a, 67376 Harthausen (DE). PAHL, Melanie [DE/DE];
Max-Joseph-Strasse 30, 68167 Mannheim (DE). KAIBEL,
Gerd [DE/DE]; Robert-Bosch-Str. 4, 68623 Lampertheim
(DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

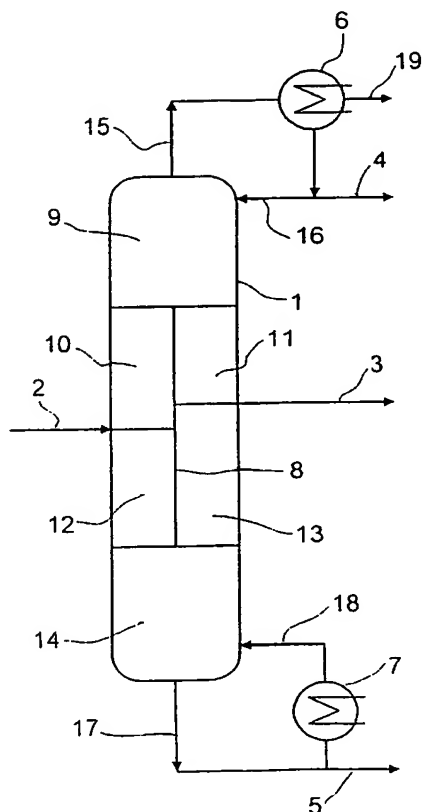
(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 56 841.6 16. November 2000 (16.11.2000) DE

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR OBTAINING 1,3 PURE BUTADIENE FROM 1,3 RAW BUTADIENE BY DISTILLA-
TION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR DESTILLATIVEN GEWINNUNG VON 1,3-REINBUTADIEN
AUS 1,3-ROHBUTADIEN



(57) Abstract: The invention relates to a method for obtaining 1,3 pure butadiene from 1,3 raw butadiene by distillation. Said method is carried out in a separating wall column, wherein a separating wall is arranged in the longitudinal direction of the column in such a manner that it forms a common upper column area, a common lower column area, a feed part and a removal part.

(57) Zusammenfassung: Es wird ein Verfahren zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien vorgeschlagen, wobei das Verfahren in einer Trennwandkolonne durchgeführt wird, in der eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereichs, eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs, eines Zulaufteils und eines Entnahmeteils angeordnet ist.

WO 02/40434 A1



(74) **Anwalt:** ISENBRUCK, Günter; Bardehle, Pagenberg, Dost, Altenburg, Geissler, Isenbruck Theodor-Heuss-Anlage 12, 68165 Mannheim (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,

TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

5

**Verfahren und Vorrichtung zur destillativen Gewinnung von
1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien**

- 10 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

1,3-Butadien wird großtechnisch in der Regel aus dem sogenannten C₄-Schnitt gewonnen, d. h. aus einem Gemisch von Kohlenwasserstoffen, worin die C₄-Kohlenwasserstoffe, insbesondere 1-Buten, i-Buten sowie 1,3-Butadien überwiegen. Neben geringen Mengen an C₃- und C₅-Kohlenwasserstoffen enthält der C₄-Schnitt in der Regel Butine, insbesondere 1-Butin (Ethylacetylen) und Butenin (Vinylacetylen). Hierbei fällt zunächst ein sogenanntes 1,3-Rohbutadien an, d. h. ein Gemisch, das etwa 89 bis 99,5 Gew.-% 1,3-Butadien, Rest Verunreinigungen, enthält. Dieses muss anschließend, um den Spezifikationsanforderungen zu entsprechen, zu sogenanntem 1,3-Reinbutadien weiter destillativ gereinigt werden. Die Spezifikationsanforderungen für 1,3-Reinbutadien sehen insbesondere einen Mindestgehalt an 1,3-Butadien von 99,6 Gew.-% und einen maximal zulässigen Gehalt an Propin von 10 ppm und an 1,2-Butadien von 20 ppm vor.

- 25 Die Gewinnung von 1,3-Rohbutadien aus dem C₄-Schnitt ist wegen der geringen Unterschiede in den relativen Flüchtigkeiten der Komponenten ein kompliziertes destillationstechnisches Problem und wird daher in der Regel durch sogenannte Extraktivdestillation durchgeführt.

- 30 In besonders vorteilhafter Weise können auch die acetylenischen C₄-Verunreinigungen, insbesondere Ethylacetylen und Vinylacetylen in das Wertprodukt 1,3-Butadien übergeführt werden, wenn der Extraktivdestillation eine Selektivhydrierung vorgeschaltet wird, wie beispielsweise in US 4,277,313 beschrieben oder besonders vorteilhaft indem Extraktivdestillation und Selektivhydrierung in heterogener Katalyse in einer einzigen
- 35 Kolonne, vorzugsweise einer Trennwandkolonne oder in thermisch gekoppelten Kolonnen durchgeführt werden. Ein derartiges Verfahren ist in der nicht vorveröffentlichten deutschen Patentanmeldung 10022465.2 beschrieben, die hiermit voll umfänglich in den

Offenbahrungsgehalt der vorliegenden Erfindung einbezogen wird. In den bekannten Verfahren zur Extraktivdestillation bzw. zur Extraktivdestillation und Selektivhydrierung, beispielsweise gemäß DE 10022465.2, fällt jedoch zunächst ein 1,3-Butadien an, das den Spezifikationsanforderungen noch nicht genügt, sogenanntes 1,3-Roh-Butadien.

5

Die destillative Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien erfolgt im Stand der Technik zweistufig: In einer ersten Stufe wird bei einem Kolonnendruck von etwa 7 bar ein Gemisch von überwiegend Propin und Propadien als Kopfprodukt abgezogen, in einer zweiten nachgeschalteten Destillationskolonne werden bei einem Druck von etwa 4,5 bar als Sumpfprodukt 1,2-Butadien und C₅-Kohlenwasserstoffe abgetrennt. Das im 1,3-Rohbutadien vorhandene cis-2-Butin erscheint etwa hälftig am Kopf und am Sumpf der zweiten Destillationskolonne. Das Wertprodukt 1,3-Reinbutadien wird als Kopfprodukt der zweiten Destillationskolonne entnommen.

15 Aus EP-B 284 971 ist es auch bekannt, die beiden Destillationskolonnen thermisch gekoppelt auszugestalten. Auch nach dem Verfahren der EP-B 284 971 werden die beiden Destillationskolonnen bei unterschiedlichen Drücken betrieben, müssen somit mit jeweils eigenem Verdampfer und Kondensator ausgerüstet werden, mit der Folge einer lediglich geringfügigen Verringerung des Energiebedarfs gegenüber der Variante mit zwei nicht thermisch gekoppelten Destillationskolonnen.

Alle bekannten Verfahrensvarianten zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien waren von der Annahme ausgegangen, dass eine Betriebsweise bei zwei unterschiedlichen Drücken, mit niedrigerem Druck in der zweiten Destillationskolonne gegenüber der ersten Destillationskolonne im Hinblick auf die thermischen Empfindlichkeit der zur Polymerisation neigenden Diene sowie die bessere Kondensierbarkeit des Propin/Propadien-Gemisches am Kopf der ersten Destillationskolonne zwingend erforderlich sei.

30 Demgegenüber war es Aufgabe der Erfindung, ein verbessertes Verfahren und eine Vorrichtung zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien zur Verfügung zu stellen, das, bei Einhaltung der geforderten Spezifikationen, wirtschaftlicher ist, insbesondere bezüglich der Investitions- und Energiekosten.

35 Die Lösung geht aus von einem Verfahren der destillativen Gewinnung 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien.

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren in einer Trennwandkolonne durchgeführt wird, in der eine Trennwand in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereichs, eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs, eines Zulaufteils und eines Entnahmeteils angeordnet ist.

Es wurde überraschend gefunden, dass die destillative Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien entgegen der Annahme, dass eine zweistufige Betriebsweise mit unterschiedlichen Drücken erforderlich sei, in einer einzigen Kolonne, und zwar einer Trennwandkolonne und somit bei einheitlichem Druck durchgeführt werden kann.

Das Verfahren wird erfindungsgemäß in einer Trennwandkolonne durchgeführt. Trennwandkolonnen sind Destillationskolonnen mit senkrechten Trennwänden, die in Teilbereichen eine Quervermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen verhindern. Die Trennwand, die aus einem ebenen Blech besteht, unterteilt die Kolonne in Längsrichtung in deren mittlerem Bereich in einen Zulaufteil und einen Entnahmeteil. Das aufzutrennende Gemisch, das 1,3-Rohbutadien, wird dem Zulaufteil zugeführt und das Produkt, das 1,3-Reinbutadien wird aus dem Entnahmeteil abgezogen.

Das Verfahren wird in der Regel kontinuierlich durchgeführt.

Die Trennwandkolonne ist, wie in der Regel jede Destillationskolonne, mit einem Sumpfordampfer und einem Kondensator am Kolonnenkopf ausgestattet.

Im Verfahren der vorliegenden Erfindung wird in vorteilhafter Weise die Verweilzeit im Sumpfordampfer und dem zugehörigen Rohrleitungssystem auf 1 bis 15 Minuten, bevorzugt auf 3 bis 6 Minuten, begrenzt. Dadurch wird trotz der Polymerisationsanfälligkeit des Gemisches mit zahlreichen ungesättigten Komponenten ein störungsfreier Betrieb der Anlage, insbesondere nur geringfügige oder keine Verschmutzungen gewährleistet.

In einer bevorzugten Verfahrensvariante wird das Flüssigkeitsrücklaufverhältnis am oberen Ende der Trennwand auf den Zulauf- bzw. Entnahmeteil der Kolonne im Verhältnis von 1:1,3 bis 2,2, bevorzugt im Verhältnis von 1:1,6 bis 1,9 geregelt. Dies erfolgt bevorzugt in der Weise, dass die Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand gesammelt und über eine Regelungs- oder Stellvorrichtung im genannten Verhältnis auf den Zulauf- bzw.

Entnahmeteil der Kolonne aufgegeben wird. Dadurch wird ein niedrigerer Energieverbrauch gewährleistet.

5 In einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante zusätzlich oder alternativ zur Regelung des Flüssigkeitsrücklaufverhältnisses am oberen Ende der Trennwand das Mengenverhältnis der Brüdenströme am unteren Ende der Trennwand auf den Zulaufteil beziehungsweise auf den Entnahmeteil der Kolonne im Verhältnis von 1:0,7 bis 1,3, bevorzugt im Verhältnis von 1:0,95 bis 1,1, eingestellt. Dies erfolgt bevorzugt durch Wahl
10 der Trenneinbauten und/oder durch den zusätzlichen Einbau druckverlusterzeugender Einbauten, beispielsweise von Blenden oder durch eine Mengenregelung der Brüdenströme.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt bei einem Druck im Kolonnenkopf von 2 bis 10 bar, bevorzugt von 4 bis 7 bar, durchgeführt.

15 Bevorzugt ist im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich eine Temperaturregelung vorgesehen, mit einer Messstelle unterhalb des obersten theoretischen Bodens, bevorzugt auf dem dritten theoretischen Boden von oben gezählt, die als Stellgröße den Destillatstrom, das Rücklaufverhältnis oder bevorzugt die Rücklaufmenge, nutzt. Dadurch
20 wird ein stabiler Betrieb der Kolonne gewährleistet mit der Folge einer weiteren Verbesserung der erzielbaren Produktreinheit.

In einer weiteren Verfahrensvariante ist zusätzlich oder alternativ eine Temperaturregelung im unteren Kolonnenbereich vorgesehen mit einer Messstelle oberhalb des untersten
25 theoretischen Bodens, bevorzugt auf dem zweiten theoretischen Boden von unten gezählt, die als Stellgröße die Sumpfenntnahmemenge nutzt. Durch diese zusätzliche Maßnahme wird eine weitere Verbesserung des stabilen Kolonnenbetriebs erreicht.

Darüber hinaus ist es zusätzlich oder alternativ möglich, eine Standregelung am
30 Kolonnensumpf vorzusehen, die als Stellgröße die Seitenentnahmemenge nutzt.

Gegenstand der Erfindung ist auch eine Trennwandkolonne zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien.

35

Die Trennwandkolonne weist eine Anzahl von theoretischen Böden von etwa 40 bis 70, bevorzugt von 50 bis 60 auf.

Bevorzugt ist die Zulaufstelle für das 1,3-Rohbutadien auf einem theoretischen Boden zwischen dem 20. bis 40., bevorzugt zwischen dem 25. bis 35. theoretischen Boden angeordnet.

Die Seitenentnahmestelle für das 1,3-Reinbutadien erfolgt bevorzugt von einem theoretischen Boden zwischen dem 25. bis 50., bevorzugt zwischen dem 33. bis 40. theoretischen Boden.

Die Trennwand ist in der Kolonne zwischen dem 10. und 60., bevorzugt zwischen dem 15. und 53. theoretischen Boden, bevorzugt mittig, angeordnet.

Bezüglich der trennwirksamen Einbauten gibt es grundsätzlich keine Einschränkungen; bevorzugt sind geordnete Packungen oder Böden vorgesehen.

In einer bevorzugten Ausgestaltung sind die Böden so ausgelegt, insbesondere bezüglich der Wehrhöhen, dass die Verweilzeit in der Kolonne 15 Minuten, bevorzugt 10 Minuten, nicht überschreitet.

Die Erfindung wird im Folgenden anhand einer Zeichnung und eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Die Zeichnung zeigt in der einzigen Figur eine Trennwandkolonne 1 mit Trennwand 8, die die Trennwandkolonne 1 in einen gemeinsamen oberen Kolonnenbereich 9, einen Zulaufteil 10, 12, mit Verstärkungsteil 10 und Abtriebsteil 12 einen Entnahmeteil 11, 13 mit einem Abtriebsteil 11 und einem Verstärkungsteil 13 sowie einen gemeinsamen unteren Kolonnenbereich 14 unterteilt. Das 1,3-Rohbutadien 2 tritt zwischen den Kolonnenteilen 10 und 12 in die Trennwandkolonne 1 ein. Das 1,3-Reinbutadien 3 wird zwischen den Kolonnenteilen 11 und 13, bevorzugt in flüssiger Form, entnommen. Der am Kolonnenkopf anfallende Brüdenstrom 15 wird im Kondensator 6, der gegebenenfalls durch einen Nachkühler ergänzt wird, teilweise kondensiert und in den Rücklaufstrom 16 sowie den Destillatstrom 4 aufgeteilt. Der nicht kondensierte Anteil aus dem Kondensator 6 enthält die leichtsiedenden Verunreinigungen und wird dampfförmig als Strom 19 abgezogen. Am unteren Kolonnenende wird die Flüssigkeit 17 in einem Verdampfer 7

teilweise verdampft und über die Rohrleitung 18 in die Kolonne zurückgeführt. Ein Teilstrom 5, der die schwersiedenden Verunreinigungen enthält, wird abgezogen. Der Verdampfer 7 kann als Naturumlaufverdampfer oder als Zwangsumlaufverdampfer ausgebildet sein, im letzteren Fall ist zusätzlich eine Umlaufpumpe für den Flüssigkeitsstrom 17 erforderlich. Besonders vorteilhaft hinsichtlich der Vermeidung unerwünschter Polymerisationsreaktionen ist es anstelle des Zwangsumlaufverdampfers einen Fallfilmverdampfer einzusetzen, da mit dieser Bauart die kürzesten Verweilzeiten möglich sind. Zur Verringerung der Verweilzeit der Flüssigkeit im Verdampfersystem ist es günstig, die Standhaltung nicht in der unteren Kolonnenhaube, sondern in der Zulaufleitung der Flüssigkeit 17 anzuordnen.

Beispiel:

Ein 1,3-Rohbutadienstrom von 11.027 kg/h mit einer Temperatur von 43,8°C wurde flüssig auf dem 30. theoretischen Boden einer Trennwandkolonne 1 mit insgesamt 55 theoretischen Böden eingespeist. Das 1,3-Rohbutadien wies die folgende Zusammensetzung auf:

	Propin	800 ppm
20	n-Butan	9 ppm
	i-Butan	17 ppm
	n-Buten	28 ppm
	i-Buten	49 ppm
	trans-2-Buten	13 ppm
25	cis-2-Buten	0,27 Gew.-%
	1,3 Butadien	99,44 Gew.-%
	1,2 Butadien	0,14 Gew.-%
	1-Butin	49 ppm
	C4-Acetylene	82 ppm
30	C5-Komponenten	48 ppm
	Wasser	405 ppm.

Die Trennwand 8 erstreckte sich vom 20. bis zum 51. theoretischen Boden. Die Seitenentnahme 3 erfolgte auf dem 37. theoretischen Boden. Der Betrieb der Kolonne erfolgte bei einem Kopfdruck von 5,5 bar und einem Sumpfdruck von 5,75 bar.

Am Kopf der Kolonne wurde bei einer Temperatur von 40°C kondensiert. Aus dem Kondensator 6 wurde ein dampfförmiger leichtsiederhaltiger Strom 19 von 26,4 kg/h abgezogen. Aus dem kondensierten Strom wurde ein Teilstrom 4 von 4,4 kg/h abgezogen. Die hochsiedenden Verunreinigungen 5 wurden am Kolonnensumpf in einem Mengenstrom von 28 kg/h bei einer Temperatur von 62°C entnommen. Am Seitenabzug wurde das Wertprodukt 1,3-Reinbutadien bei einer Temperatur von 49,7°C flüssig in einer Menge von 10.968,5 kg/h mit einem Gehalt an 1,3-Butadien von 99,76 Gew.% erhalten. Die handelsüblichen Spezifikationen für Propin wurden mit 10 ppm und für 1,2-Butadien mit 20 ppm eingehalten. Die Destillationsausbeute für 1,3-Butadien lag bei über 99,8 %.

10

Das Aufteilungsverhältnis für die Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 8 betrug 1:1,8 zwischen Zulaufteil und Entnahmeteil. Am unteren Ende der Trennwand erfolgte die Aufteilung des Brüdenstroms im Verhältnis 1:1 auf den Zulauf- bzw. den Entnahmeteil. Die Heizleistung betrug 4.778 kW.

15

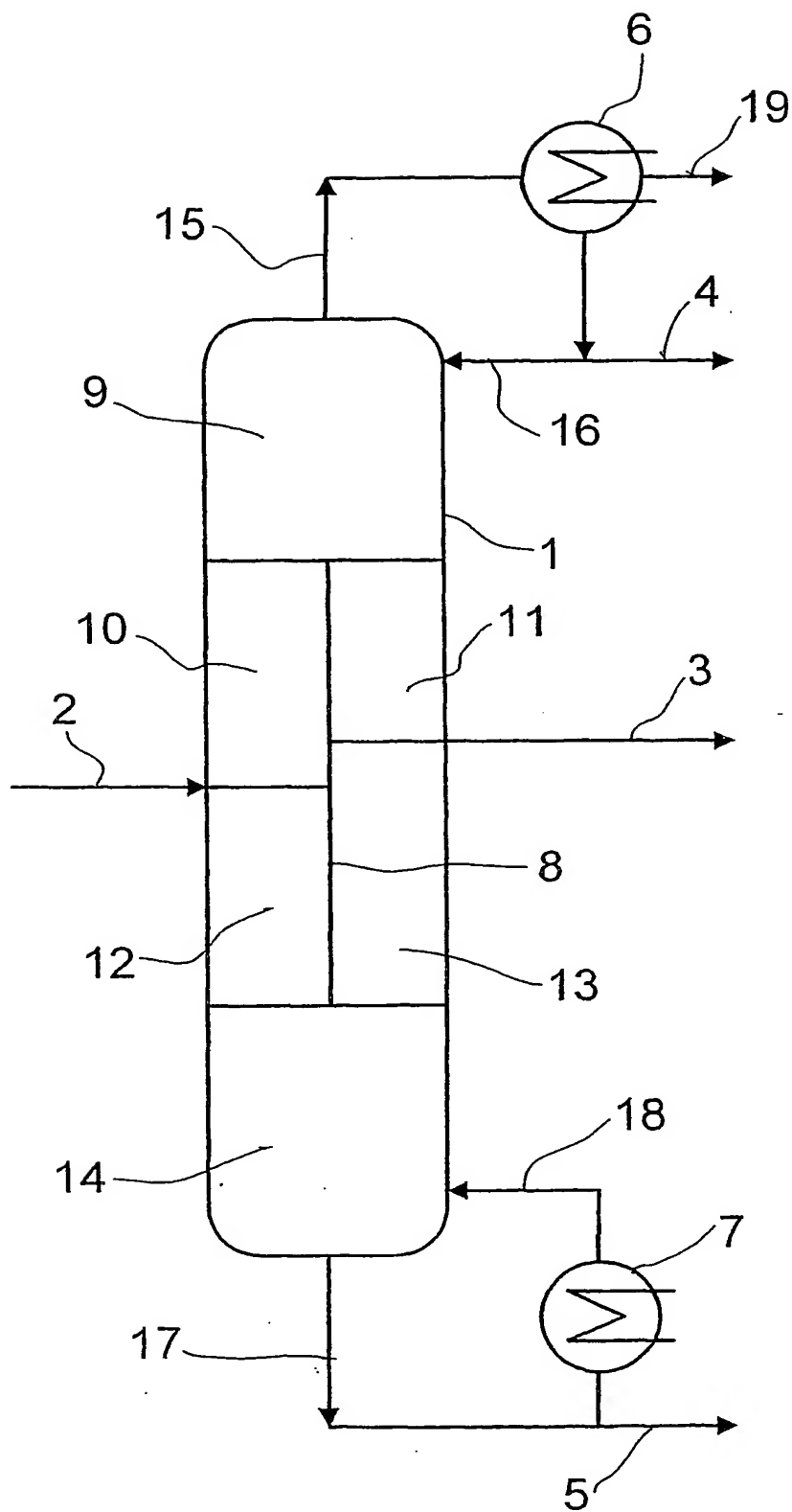
Durch das erfindungsgemäße Verfahren konnte die Destillation von 1,3-Rohbutadien zu 1,3-Reinbutadien bei einer Jahreskapazität von 90.000 t unter Einhaltung der geforderten Spezifikationen mit einer Investitionskosteneinsparung von 20% und einer Energiekosteneinsparung von 16% gegenüber dem herkömmlichen zweistufigen Destillationsverfahren durchgeführt werden.

20

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur destillativen Gewinnung von 1,3-Reinbutadien aus 1,3-Rohbutadien, dadurch gekennzeichnet, dass das Verfahren in einer Trennwandkolonne (1) durchgeführt wird, in der eine Trennwand (8) in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereichs (9), eines unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs (14), eines Zulaufteils (10,12) und eines
10 Entnahmeteils (11,13) angeordnet ist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Verweilzeit im Sumpferdampfer (7) und dem zugehörigen Rohrleitungssystem auf 1 bis 15 Minuten, bevorzugt auf 3 bis 6 Minuten, begrenzt.
- 15 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass man das Flüssigkeitsrücklaufverhältnis am oberen Ende der Trennwand (8) auf den Zulauf- (10) bzw. den Entnahmeteil (11) der Kolonne im Verhältnis von 1 zu 1,3 bis 2,2, bevorzugt im Verhältnis von 1 zu 1,6 bis 1,9, regelt.
- 20 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man das Mengenverhältnis der Brüdenströme am unteren Ende der Trennwand (8) auf den Zulaufteil (12) bzw. den Entnahmeteil (13) der Kolonne im Verhältnis von 1 zu 0,7 bis 1,3, bevorzugt im Verhältnis von 1 zu 0,95 bis 1,1, einstellt.
- 25 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, gekennzeichnet durch einen Druck am Kolonnenkopf von 2 bis 10 bar, bevorzugt von 4 bis 7 bar.
- 30 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, gekennzeichnet durch eine Temperaturregelung im oberen gemeinsamen Kolonnenbereich, mit einer Messstelle unterhalb des obersten theoretischen Bodens, bevorzugt auf dem 3. theoretischen Boden von oben gezählt, die als Stellgröße den Destillatstrom, das Rücklaufverhältnis oder bevorzugt die Rücklaufmenge nutzt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, gekennzeichnet durch eine Temperaturregelung im unteren gemeinsamen Kolonnenbereich mit einer Messstelle oberhalb des untersten theoretischen Bodens, bevorzugt auf dem 2. theoretischen Boden von unten gezählt, die als Stellgröße die Sumpfantnahmemenge nutzt.
- 5 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, gekennzeichnet durch eine Standregelung am Kolonnensumpf, die als Stellgröße die Seitenentnahmemenge nutzt.
- 10 9. Trennwandkolonne (1) zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 8, gekennzeichnet durch eine Anzahl von theoretischen Böden von etwa 40 bis 70, bevorzugt von 50 bis 60.
- 15 10. Trennwandkolonne (1) nach Anspruch 9, gekennzeichnet durch die Anordnung der Zulaufstelle (2) für das 1,3-Rohbutadien auf einem theoretischen Boden zwischen dem 20. bis 40., bevorzugt zwischen dem 25. bis 35. theoretischen Boden.
- 20 11. Trennwandkolonne (1) nach einem der Ansprüche 9 oder 10, gekennzeichnet durch eine Seitenentnahmestelle (3) für das 1,3-Reinbutadien von einem theoretischen Boden zwischen dem 25. bis 50., bevorzugt zwischen dem 33. bis 40. theoretischen Boden.
- 25 12. Trennwandkolonne (1) nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwand (8) in der Kolonne zwischen dem 10. und 60., bevorzugt zwischen dem 15. und 53. theoretischen Boden, bevorzugt mittig, angeordnet ist.
- 30 13. Trennwandkolonne (1) nach einem der Ansprüche 9 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass als trennwirksame Einbauten geordnete Packungen oder Böden vorgesehen sind.
14. Trennwandkolonne (1) nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Böden dergestalt ausgelegt sind, insbesondere bezüglich der Wehrhöhen, dass die Verweilzeit in der Kolonne 15 Minuten, bevorzugt 10 Minuten, nicht überschreitet.



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern Application No

PCT/EP 01/13235

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C07C11/167 C07C7/04 //B01D3/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 33 02 525 A (BASF AG) 26 July 1984 (1984-07-26) claims; figures	1-14
A	DE 19 26 085 A (UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY) 10 December 1970 (1970-12-10) claims	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 March 2002

Date of mailing of the international search report

11/03/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Geyt, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

on patent family members

Interr.

Application No

PCT/

01/13235

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
DE 3302525	A	26-07-1984	DE	3302525 A1		26-07-1984
			EP	0122367 A2		24-10-1984
			JP	59142801 A		16-08-1984
DE 1926085	A	10-12-1970	DE	1926085 A1		10-12-1970

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inten

Aktenzeichen

PCT/EP 01/13235

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C07C11/167 C07C7/04 //B01D3/28

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C07C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 33 02 525 A (BASF AG) 26. Juli 1984 (1984-07-26) Ansprüche; Abbildungen	1-14
A	DE 19 26 085 A (UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY) 10. Dezember 1970 (1970-12-10) Ansprüche	1

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

4. März 2002

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

11/03/2002

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van Geyt, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung

elben Patentfamilie gehören

Intern

denzeichen

PCT

01/13235

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 3302525	A	26-07-1984	DE	3302525 A1		26-07-1984
			EP	0122367 A2		24-10-1984
			JP	59142801 A		16-08-1984
<hr/>						
DE 1926085	A	10-12-1970	DE	1926085 A1		10-12-1970
<hr/>						